SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 7574:2010

Penentuan kadar CaO, MgO, SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3, MnO, Na_2O, K_2O, H_2O^-, dan LOI dalam contoh batu gamping, kalsit, dolomit dan marmer

ICS 73.040

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2010

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
Pendahuluan iii
1 Ruang lingkup 1
2 Acuan normatif 1
3 Cara pengambilan dan preparasi contoh 1
4 Cara uji 1
5 Pelaporan 6
Bibliografi 7

© BSN 2010

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 7574:2010, *Penentuan Kadar CaO, MgO, SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3, MnO, Na_2O, K_2O, H_2O^- dan LOI dalam contoh batu gamping, kalsit, dolomit dan marmer* disusun oleh Panitia Teknik 73-01 Komoditas Tambang Mineral, Batubara dan Panas Bumi.

Standar ini telah disepakati oleh pihak berkepentingan (*Stakeholders*) yang berkaitan pada forum konsensus yang dilaksanakan di Bandung pada 12 – 13 Maret 2009, yang dihadiri oleh *stakeholders* yang terkait, yaitu perusahaan tambang selaku produsen, perusahaan jasa pendukung di bidang pertambangan, perguruan tinggi, lembaga penilitian, asosiasi di bidang pertambangan, instansi teknis terkait, dan Pusat Bahasa Departemen Pendidikan Nasional.

Diharapkan dengan standar ini dapat digunakan sebagai pedoman bagi pelaksanaan kegiatan serta dapat mengoptimalkan pemanfaatan dan pengelolaan sumber daya mineral.

© BSN 2010

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Pendahuluan

Batu gamping, kalsit, dolomit, dan marmer merupakan bahan galian yang digunakan untuk keperluan di berbagai industri seperti industri baja, industri kimia, pertanian, farmasi dan sebagainya.

Mengingat pemanfaatan bahan galian ini cukup luas, maka perlu diketahui kandungan CaO, MgO, SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3, MnO, Na_2O, K_2O, H_2O^-(air lembab), dan LOI. Untuk itu SNI "Penentuan Kadar CaO, MgO, SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3, MnO, Na_2O, K_2O, H_2O^- dan LOI contoh batugamping, kalsit, dolomit dan marmer", dengan metode SSA, gravimetri dan kompleksometri dengan EDTA perlu distandarkan.

Dengan metode uji yang distandarkan ini, maka hasil analisis komoditas ini agar dapat memberikan kepastian kualitas bagi penggunanya.

© BSN 2010

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2010

Penentuan kadar CaO, MgO, SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3, MnO, Na_2O, K_2O, H_2O^-, dan LOI dalam contoh batu gamping, kalsit, dolomit dan marmer

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi acuan, cara pengambilan dan preparasi contoh, cara uji dan prinsip penentuan kadar CaO, MgO, SiO_2, Al_2O_3, Fe_2O_3, MnO, Na_2O, K_2O, H_2O^-, dan LOI contoh batu gamping, kalsit, dolomit dan marmer dengan metode SSA, gravimetri dan kompleksometri dengan EDTA.

2 Acuan normatif

ASTM C 1301 – 95 (*Reapproved* 2001), *Standard Test Method for Major and Trace Elements in Limestone and Lime by Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectroscopy* (ICP) *and Atomic Absorption* (AA).

ASTM C 25 – 99, *Standard Test Method for Chemical Analysis of Limestone, Quicklime and Hydratedlime.*

SNI 13 – 3496 – 1994, *Cara pengambilan dan preparasi contoh bahan galian secara umum untuk analisis kimia dan uji sifat fisika di laboratorium.*

3 Cara pengambilan dan preparasi contoh

Pengambilan dan preparasi contoh dilakukan sesuai dengan prosedur yang berlaku yaitu SNI 13–3496–1994, *Cara pengambilan dan preparasi contoh bahan galian secara umum untuk analisis kimia dan uji sifat fisika di laboratorium.*

4 Cara uji

4.1 Prinsip

4.1.1 Penentuan dengan SSA [ASTM C 1301 – 95 (*Reapproved* 2001)]

Contoh dilebur dengan litium metaborat atau litium tetraborat dalam cawan platina, dilarutkan dengan HNO_3 p.a, dan kandungan CaO, MgO, Al_2O_3, Fe_2O_3, MnO, Na_2O, dan K_2O ditentukan dengan metode SSA pada panjang gelombang sesuai dengan masing-masing unsur.

4.1.2 Penentuan dengan gravimetri (ASTM C 25 – 99)

a. Penentuan SiO_2.
 Contoh dilarutkan dengan campuran HNO_3 dan $HClO_4$ dipanaskan sampai keluar asap putih, diencerkan dengan akuades dan disaring. Residu dan kertas saring diabukan dalam cawan platina, ditambahkan HF dan diuapkan sampai kering, dipijarkan dan ditimbang. Selisih bobot sebelum dan setelah proses dihitung sebagai SiO_2.

© BSN 2010

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

b. Penentuan LOI
Contoh dipijarkan dalam cawan platina atau porselen yang telah diketahui bobotnya. Selisih bobot sebelum dan sesudah pemijaran dihitung sebagai LOI.
c. Penentuan H_2O^-
Contoh dipanaskan pada suhu 110^0 C dalam botol timbang yang telah diketahui bobotnya. Selisih bobot sebelum dan sesudah pemanasan dihitung sebagai H_2O^-

4.1.3 Penentuan CaO dan MgO (alternatif dengan titrasi EDTA). [ASTM C 25 – 99]

Contoh dipipet dari larutan induk pada penetapan SiO_2, kemudian dititrasi dengan larutan EDTA untuk menentukan CaO dan MgO.

4.2 Peralatan

Peralatan yang digunakan terdiri atas:
a) timbangan analisis 4 desimal dengan ketelitian 0,1 mg;
b) pelat pemanas;
c) tungku 1200^0 C;
d) desikator vakum;
e) cawan platina 50 mL, dan 25 mL;
f) gelas piala 1000 mL, 250 mL;
g) teflon piala 250 mL;
h) botol pereaksi 1000 mL;
i) labu ukur 1000 mL, 250 mL, 25 mL;
j) pipet ukur 10 mL, 5 mL;
k) pipet gondok 25mL, 5 mL;
l) erlenmeyer 250 mL;
m) buret 50 mL;
n) corong analitik; dan
o) stirer magnetik

4.3 Pereaksi

Pereaksi yang digunakan terdiri atas:
a) litium metaborat pa dan atau litium tetraborat pa;
b) asam nitrat p.a;
c) lantanum 10%;
dibuat dengan cara melarutkan 175 g $LaCl_3$ dalam 1 L akuades (setara dengan 100 g/l lantanum).
d) larutan EDTA (0,4%);
dibuat dengan cara melarutkan 4 g EDTA dalam 1 L akuades.
e) kalium hidroksida (1 N);
dibuat dengan cara melarutkan 56 g KOH dalam 1 L akuades.
f) buffer amonia (ph 10,5);
dibuat dengan cara melarutkan 67,5 g NH_4Cl dalam 300 ml akuades, tambahkan 570 ml NH_4OH, dan encerkan menjadi 1 L.
g) trietanolamine 1 : 1;
h) hydroxy naphthol blue (indikator kalsium);
i) kalmagit (indikator magnesium + kalsium);
j) asam klorida (1:1);
k) asam klorida (1:9);

© BSN 2010

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

l) triethanolamine (1:2);
m) larutan kalium sianida (20 g/L);
dibuat dengan cara melarutkan 2 g KCN dalam 100 ml akuades.
n) larutan standar kalsium (1.00 mg CaO/ml);
dibuat dengan cara menimbang 1,785 g $CaCO_3$ p.a., dilarutkan dengan HCl (1:9) dan diencerkan menjadi 1 L dengan akuades.
o) larutan standar magnesium (1,00 mg mgo/ml);
dibuat dengan cara melarutkan 0,603 g magnesium p.a., dalam HCl (1:1) dan diencerkan menjadi 1 L dengan akuades.
p) asam perklorat p.a;
q) natrium karbonat p.a; dan
r) asam fluorida pa.

4.4 Prosedur

4.4.2 Penetapan CaO, MgO, Al_2O_3, Fe_2O_3, MnO, Na_2O, dan K_2O dengan metode SSA [ASTM C 1301 – 95 (*Reapproved* 2001)].

a. Masukkan sejumlah contoh ke dalam botol timbang, panaskan dalam oven pengering pada suhu 105^0 C selama 2 jam, dinginkan dalam desikator vakum selama 20 – 25 menit.
b. Timbang dengan teliti 250 mg contoh ke dalam cawan platina yang telah berisi 1,00 g lithium metaborat, aduk sampai homogen kemudian ditutupi dengan menambahkan 0.50 g litium metaborat.
c. Masukkan ke dalam tungku pemanas pada suhu 1000^0 C selama 30 menit, aduk leburan dalam cawan sekurang-kurangnya satu kali.
d. Angkat cawan platina, dinginkan beberapa saat dan masukan kedalam teflon piala yang sudah berisi 12,5 mL HNO_3 p.a dan 40 mL akuades.
e. Panaskan diatas plat pemanas sampai larut, dinginkan dan masukkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 250 mL, tambahkan 10 mL lantanum 10%, impitkan sampai tanda batas, kocok sampai homogen.
f. Lakukan pengerjaan blangko sesuai dengan butir a sampai dengan e.
g. Ukur serapan dari larutan seri standar, blangko dan contoh pada panjang gelombang masing masing unsur dengan SSA.
h. Gunakan nyala (*flame*) dari campuran nitrous oksida–asetilena (N_2O-C_2H_2) atau nyala dari campuran udara-asetilena (udara-C_2H_2) sesuai dengan unsur yang akan diperiksa, lihat parameter instrumen pada Tabel 1.
i. Bandingkan serapan larutan contoh dari masing masing unsur dengan serapan larutan standar, hitung kadar masing-masing unsur.

Tabel 1 - Parameter instrumen

Unsur	Panjang gelombang (nm)	Gas pembakar
Al	308,3	N_2O/C_2H_2
Ca	422,7	N_2O/C_2H_2
Mg	285,2	udara- C_2H_2
K	766,5	udara- C_2H_2
Na	589,0	udara- C_2H_2
Mn	279,5	udara- C_2H_2
Fe	248,3	udara- C_2H_2

© BSN 2010

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Penghitungan kadar unsur dengan SSA.

$$\text{Kadar unsur, \%} = \frac{C \times fp \times V \times fk}{W \times 1000} \times 100 \qquad (1)$$

dengan pengertian
C adalah kosentrasi contoh, ppm;
fp adalah faktor pengenceran;
V adalah volume labu asal, milliliter;
fk adalah faktor kimia, dan
W adalah berat contoh, miligram.

4.4.2.1 Penetapan SiO_2, LOI, H_2O^- dengan cara gravimetri (ASTM C 25 – 99)

4.4.2.1.1 Penetapan SiO_2

a. Timbang 0,5000 g contoh yang telah dipanaskan pada suhu 105 – 110°C .
b. Masukkan kedalam gelas piala 250 mL, basahkan dengan akuades, tambahkan 10 mL HNO_3 p.a dan 20 mL $HClO_4$ p.a.
c. Panaskan diatas pelat pemanas sampai keluar uap putih, tutup gelas piala dengan kaca arloji dan panaskan selama 15 menit.
d. Dinginkan, tambahkan 50 mL akuades, panaskan dan didihkan sampai garam garam yang terbentuk larut.
e. Saring dengan kertas saring *Whatman* No. 40 dan filtrat ditampung dalam labu ukur 250 mL, cuci kertas saring dan residu dengan air panas sekurang kurangnya 15 kali.
f. Masukkan kertas saring dan residu ke dalam cawan platina, panaskan dan bakar diatas nyala gas sampai terjadi abu, kemudian pijarkan dalam tungku pemanas pada suhu 1000^0 C selama 30 menit.
g. Dinginkan dalam desikator vakum 15 –20 menit kemudian timbang (A gram), basahkan residu dalam platina dengan sedikit air, tambahkan 1 – 2 tetes H_2SO_4 dan 5 mL HF, uapkan sampai kering diatas plat pemanas dan pijarkan dalam tungku pemanas pada suhu 1000^0 C selama 2 atau 3 menit.
h. Dinginkan dalam desikator vakum 15–20 menit kemudian timbang (B gram), lebur residu yang masih tersisa dalam cawan platina dengan 2 – 3 gram Na_2CO_3, dinginkan, larutkan dengan HCl encer, dan gabungkan hasil pelarutan ini dengan larutan pada butir (e), kemudian impitkan sampai tanda batas dengan akuades dan kocok sampai homogen (larutan induk).

$$\text{Kadar } SiO_2, \% = \frac{(A - B) \times 100}{C} \qquad (2)$$

dengan pengertian
A adalah bobot cawan + residu, gram;
B adalah bobot cawan + residu setelah proses HF, gram; dan
C adalah bobot contoh, gram.

4.4.2.1.2 Penetapan LOI

a. Timbang 1 g contoh yang telah di panaskan pada suhu 105 – 110°C kedalam cawan platina atau porselin yang telah diketahui bobotnya.
b. Panaskan dalam tungku pemanas pada suhu 400^0C selama 30 menit, kemudian naikkan suhu pemanas sampai 1000^0 C ± 20 ^{0}C dan biarkan selama 20 menit.

© BSN 2010

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

c. Angkat dan dinginkan dalam desikator vakum 25 – 30 menit, timbang sampai bobot tetap.

Kadar LOI , % = (A – B) / C X 100 (3)

dengan pengertian
A adalah Bobot cawan + contoh, gram;
B adalah Bobot cawan + contoh setelah dipijarkan, gram; dan
C adalah Bobot contoh, gram.

4.4.2.1.3 Penetapan $H2O^-$

a. Timbang ± 1 g contoh ke dalam botol timbang yang telah diketahui bobotnya.
b. Panaskan di dalam lemari pengering pada suhu 105 – 110^0 C selama 2 jam.
c. Angkat dan dinginkan dalam desikator vakum selama ± 20 menit, timbang sampai bobot tetap.

Kadar $H2O^-$, % = (A – B) / C X 100 (4)

dengan pengertian:
A adalah Bobot botol timbang + contoh, gram;
B adalah Bobot botol timbang + contoh setelah dipanaskan, gram; dan
C adalah Bobot contoh, gram.

4.4.3 Penetapan CaO dan MgO dengan cara titrasi EDTA (alternatif). [ASTM C25-99]

4.4.3.1 Standardisasi kalsium

a. Pipet 10 mL larutan standar kalsium pada 4.3 butir n, masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL.
b. Tambahkan 100 mL akuades, 15 mL larutan KOH 1 N dan kocok.
c. Tambahkan 0.2 - 0.3 g indikator hydroxy naphthol blue, titrasi dengan larutan EDTA (0.4%) sampai titik akhir titrasi berwarna biru jernih.
d. Pengulangan titrasi dilakukan tiga kali atau lebih dan hasil titrasi dirata-ratakan untuk menghitung titar dari larutan kalsium.

Titar CaO, mg/mL = 10 mg standar CaO mL EDTA (5)

4.4.3.2 Standarisasi magnesium

a. Pipet 10 mL larutan standar magnesium pada 4.3 butir o, masukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL. Tambahkan 100 mL akuades, 10 mL larutan buffer amonia dan kocok.
b. Tambahkan 0,3 sampai 0,4 g indikator kalmagit, titrasi dengan larutan EDTA (0.4%) sampai titik akhir titrasi berwarna biru tua.
c. Pengulangan titrasi dilakukan tiga kali atau lebih dan hasil titrasi dirata-ratakan untuk menghitung titar dari larutan magnesium.

$$\text{Titar MgO, mg/mL} = \frac{\text{10 mg standar MgO}}{\text{mL EDTA}} \quad (6)$$

© BSN 2010

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

4.4.3.3 Penentuan CaO

a. Pipet 20 mL larutan induk pada 4.4.2.1.1 butir h, masukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL.
b. Encerkan menjadi 150 mL dengan akuades, tambahkan 30 mL larutan KOH 1 N dan kocok.
c. Tambahkan 2 –3 tetes larutan kalium sianida atau 10 mL triethanolamine (1:2).
d. Tambahkan 0.2 - 0.3 g indikator hydroxy naphthol blue, titrasi dengan larutan EDTA (0,4%) sampai titik akhir titrasi berwarna biru jernih.

Penghitungan:

$$\text{Kadar CaO (\%)} = \frac{\text{titar CaO x mL EDTA x 1,25}}{\text{berat contoh dalam gram}} \qquad (7)$$

4.4.3.4 Penentuan MgO

a. Pipet 20 mL larutan induk pada 4.4.2.1.1 butir h, masukkan ke dalam Erlenmeyer 250 mL.
b. Tambahkan 100 mL akuades, 10 mL larutan *buffer* amonia dan kocok.
c. Tambahkan 2 – 3 tetes larutan kalium sianida atau 10 mL triethanolamine (1:2).
d. Tambahkan larutan EDTA sesuai dengan hasil titrasi pada penetapan CaO.
a. Tambahkan 0,3 – 0,4 g indikator kalmagit, titrasi dengan larutan EDTA (0.4%) sampai titik akhir titrasi berwarna biru.

Penghitungan:

$$\text{Kadar MgO, (\%)} = \frac{\text{(V1 – V2) x titar MgO x 1,25}}{\text{berat contoh dalam gram}} \qquad (8)$$

dengan pengertian:
V1 adalah mL EDTA yang digunakan pada titrasi MgO; dan
V2 adalah mL EDTA yang digunakan pada titrasi CaO.

5 Pelaporan

Pelaporan meliputi:
a) pengirim
b) jenis contoh;
c) asal contoh;
d) jumlah contoh
e) nomor laboratorium;
f) tanggal penerimaan;
g) hasil pengujian;
h) kode contoh dan metode analisis;
i) tanggal selesai; dan
j) nama dan tanda tangan penanggung jawab teknis.

© BSN 2010

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Bibliografi

Anonymous, 1989. *Flame Atomic Absorption Spectrometry*. *ANALYTICAL METHODS*.. Publication No. 85 . Revised March 1989. Varian, Australia

Vogel, A.I,1968. *Text book of Quantitative Inorganic Analysis*, 3rd Edition. Longman, London. pp 1114-1115.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2010

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2010

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2010

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id

© BSN 2010